

日 本 国 特 許 庁  
JAPAN PATENT OFFICE

J1046 U.S. PTO  
10/086873  
03/04/02

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office

出 願 年 月 日

Date of Application:

2001年12月 3日

出 願 番 号

Application Number:

特願2001-368155

[ ST.10/C ]:

[ JP2001-368155 ]

出 願 人

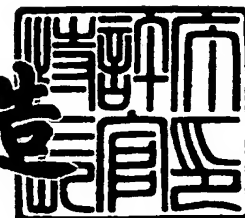
Applicant(s):

花王株式会社

2002年 1月18日

特 許 庁 長 官  
Commissioner,  
Japan Patent Office

及 川 耕 造



出証番号 出証特2001-3116567

【書類名】 特許願

【整理番号】 101K0235

【提出日】 平成13年12月 3日

【あて先】 特許庁長官 殿

【国際特許分類】 C07C233/36  
A61K 7/06

【発明者】

    【住所又は居所】 和歌山県和歌山市湊 1 3 3 4 花王株式会社研究所内

    【氏名】 井上 勝久

【発明者】

    【住所又は居所】 和歌山県和歌山市湊 1 3 3 4 花王株式会社研究所内

    【氏名】 香春 武史

【発明者】

    【住所又は居所】 和歌山県和歌山市湊 1 3 3 4 花王株式会社研究所内

    【氏名】 加藤 徹

【特許出願人】

    【識別番号】 000000918

    【氏名又は名称】 花王株式会社

【代理人】

    【識別番号】 100063897

    【弁理士】

    【氏名又は名称】 古谷 馨

    【電話番号】 03(3663)7808

【選任した代理人】

    【識別番号】 100076680

    【弁理士】

    【氏名又は名称】 溝部 孝彦

【選任した代理人】

    【識別番号】 100087642

【弁理士】

【氏名又は名称】 古谷 聡

【選任した代理人】

【識別番号】 100091845

【弁理士】

【氏名又は名称】 持田 信二

【選任した代理人】

【識別番号】 100098408

【弁理士】

【氏名又は名称】 義経 和昌

【先の出願に基づく優先権主張】

【出願番号】 特願2001- 60559

【出願日】 平成13年 3月 5日

【手数料の表示】

【予納台帳番号】 010685

【納付金額】 21,000円

【提出物件の目録】

【物件名】 明細書 1

【物件名】 要約書 1

【包括委任状番号】 9812859

【包括委任状番号】 0007905

【プルーフの要否】 要

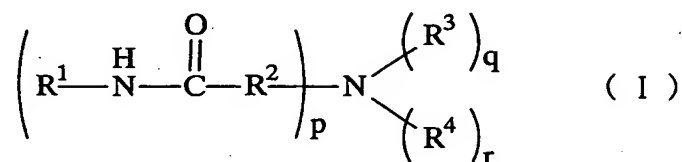
【書類名】 明細書

【発明の名称】 毛髪化粧料

【特許請求の範囲】

【請求項1】 一般式（I）で表されるアミン（以下アミン（I）という）を含有する毛髪化粧料。

【化1】



〔式中、 $\text{R}^1$ は炭素数8～40の直鎖若しくは分岐鎖のアルキル基又はアルケニル基、或いは式 $\text{R}^5\text{O}-(\text{AO})_n-\text{C}_m\text{H}_{2m}-$ （ $\text{R}^5$ は炭素数8～40の直鎖若しくは分岐鎖のアルキル基又はアルケニル基、Aは炭素数2～3のアルキレン基、nは平均値で0～30の数、mは2～3の整数、n個のAは同一でも異なってもよい）で表される基、 $\text{R}^2$ は炭素数1～5の直鎖若しくは分岐鎖のアルキレン基、 $\text{R}^3$ は水素原子、炭素数1～24の直鎖若しくは分岐鎖のアルキル基、アルケニル基又はヒドロキシアルキル基、或いは炭素数6～28のアリール基又はアリールアルキル基、 $\text{R}^4$ は水素原子、炭素数1～5の直鎖若しくは分岐鎖のアルキル基、アルケニル基又はヒドロキシアルキル基、或いは炭素数6～28のアリール基又はアリールアルキル基を示し、 $\text{R}^3$ と $\text{R}^4$ は単独或いは結合して環を形成してもよい。pは1～3の整数、q及びrは0～2の整数で、 $p+q+r$ は3である。尚、p個の $\text{R}^1$ 、 $\text{R}^2$ 、q個の $\text{R}^3$ 、r個の $\text{R}^4$ は同一でも異なってもよい。

]

【請求項2】 一般式（I）において、 $\text{R}^1$ が炭素数12～24の直鎖若しくは分岐鎖のアルキル基又はアルケニル基、或いは式 $\text{R}^5\text{O}-(\text{AO})_n-\text{C}_m\text{H}_{2m}-$ （ $\text{R}^5$ は炭素数12～24の直鎖若しくは分岐鎖のアルキル基又はアルケニル基、A、n及びmは前記の意味を示す）で表される基、 $\text{R}^2$ が炭素数1～3の直鎖アルキレン基、 $\text{R}^3$ 及び $\text{R}^4$ が炭素数1～3の直鎖若しくは分岐鎖のアルキル基又はヒドロキシアルキル基、或いは炭素数6～28のアリール基又はアリールア

ルキル基 ( $R^3$ と $R^4$ は単独或いは結合して環を形成してもよい)、 $p$ が1又は2、 $q$ 及び $r$ が0又は1である請求項1記載の毛髪化粧料。

【請求項3】 無機酸及び有機酸からなる群から選ばれる少なくとも1種の酸を含有する請求項1又は2記載の毛髪化粧料。

【請求項4】 炭素数10～30のアルコールを含有する請求項1～3のいずれかに記載の毛髪化粧料。

【請求項5】 アミン(I)の含有量が0.1～15重量%、酸の含有量がアミン(I)に対し0.3～10モル倍、炭素数10～30のアルコールの含有量が0.5～15重量%である請求項4記載の毛髪化粧料。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】

本発明は、毛髪に対して湿潤時の十分な柔軟性や平滑性、更には油性感と、乾燥後の滑らかさ及び柔らかさ、櫛通りのよさを付与することができ、環境に対する安全性に優れる毛髪化粧料に関する。

【0002】

【従来の技術及び発明が解決しようとする課題】

毛髪化粧料には、毛髪に対して湿潤時の柔軟性や平滑性、油性感と乾燥後の滑らかさ及び柔らかさ、櫛通りのよさを付与することが求められている。このような要求から、従来は、界面活性剤として長鎖アルキル基を有する第四級アンモニウム塩、例えばステアリルトリメチルアンモニウムクロライドやジステアリルジメチルアンモニウムクロライド等が用いられている。しかしながら、これらは毛髪の湿潤時と乾燥後の使用感を十分に満足するものではない。

【0003】

特開平5-271035、特開平5-271036及び特表平2000-501430号には第3級アミン型であるアミドアミンの塩を毛髪化粧料の基剤として使用することが開示されているが、上記の要求を十分に満足するものではなく、乾燥後等の感触と湿潤時の平滑性及び油性感を両立できない等の欠点があった。

【0004】

本発明の課題は、毛髪に対して湿潤時の柔軟性や平滑性、油性感と、乾燥後の滑らかさ及び柔らかさ、櫛通りのよさを付与することができる毛髪化粧料を提供することである。

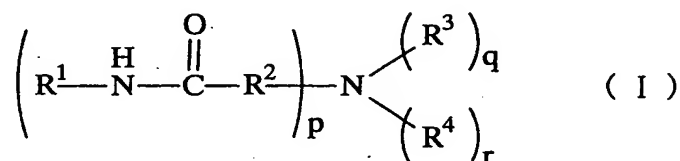
【0005】

【課題を解決するための手段】

本発明は、一般式（I）で表されるアミン（以下アミン（I）という）を含有する毛髪化粧料を提供する。

【0006】

【化2】



【0007】

〔式中、 $\text{R}^1$ は炭素数8～40の直鎖若しくは分岐鎖のアルキル基又はアルケニル基、或いは式 $\text{R}^5\text{O}-(\text{AO})_n-\text{C}_m\text{H}_{2m}$ （ $\text{R}^5$ は炭素数8～40の直鎖若しくは分岐鎖のアルキル基又はアルケニル基、Aは炭素数2～3のアルキレン基、nは平均値で0～30の数、mは2～3の整数、n個のAは同一でも異なってもよい）で表される基、 $\text{R}^2$ は炭素数1～5の直鎖若しくは分岐鎖のアルキレン基、 $\text{R}^3$ は水素原子、炭素数1～24の直鎖若しくは分岐鎖のアルキル基、アルケニル基又はヒドロキシアルキル基、或いは炭素数6～28のアリール基又はアリールアルキル基、 $\text{R}^4$ は水素原子、炭素数1～5の直鎖若しくは分岐鎖のアルキル基、アルケニル基又はヒドロキシアルキル基、或いは炭素数6～28のアリール基又はアリールアルキル基を示し、 $\text{R}^3$ と $\text{R}^4$ は単独或いは結合して環を形成してもよい。pは1～3の整数、q及びrは0～2の整数で、 $p+q+r$ は3である。尚、p個の $\text{R}^1$ 、 $\text{R}^2$ 、q個の $\text{R}^3$ 、r個の $\text{R}^4$ は同一でも異なっても良い。〕

【0008】

【発明の実施の形態】

アミン (I) において、 $R^1$ は炭素数10～28の直鎖若しくは分岐鎖のアルキル基又はアルケニル基、或いは式 $R^5O-(AO)_n-C_mH_{2m}-$ で表される基で、 $R^5$ が炭素数10～28の直鎖若しくは分岐鎖のアルキル基又はアルケニル基、 $A$ 、 $n$ 及び $m$ が前記と同じ意味を示す基が好ましく、更に炭素数12～24の直鎖若しくは分岐鎖のアルキル基又はアルケニル基、或いは式 $R^5O-(AO)_n-C_mH_{2m}-$ で表される基で、 $R^5$ が炭素数12～24の直鎖若しくは分岐鎖のアルキル基又はアルケニル基、 $A$ 、 $n$ 及び $m$ が前記と同じ意味を示す基が好ましく、特に炭素数12～24の直鎖アルキル基、或いは式 $R^5O-(AO)_n-C_mH_{2m}-$ で表される基で、 $R^5$ が炭素数12～24の直鎖アルキル基、 $A$ 、 $n$ 及び $m$ が前記と同じ意味を示す基が好ましい。前記の $n$ は、いずれも0～20が好ましく、5以下が更に好ましい。 $R^2$ は炭素数1～3の直鎖若しくは分岐鎖のアルキレン基が好ましく、炭素数1～3の直鎖アルキレン基がより好ましく、メチレン基が特に好ましい。 $R^3$ は炭素数1～22の直鎖若しくは分岐鎖のアルキル基、アルケニル基又はヒドロキシアルキル基、或いは炭素数6～28のアリール基又はアリールアルキル基が好ましく、炭素数1～3の直鎖若しくは分岐鎖のアルキル基又はヒドロキシアルキル基、或いは炭素数6～10のアリール基又はアリールアルキル基がより好ましい。 $R^4$ は炭素数1～5の直鎖若しくは分岐鎖のアルキル基、アルケニル基又はヒドロキシアルキル基、或いは炭素数6～28のアリール基又はアリールアルキル基が好ましく、炭素数1～3直鎖若しくは分岐鎖のアルキル基又はヒドロキシアルキル基、フェニル基或いはベンジル基がより好ましい。 $R^3$ と $R^4$ が結合して環を形成する場合には、 $R^3$ と $R^4$ の総炭素数4～28が好ましく、4～10が更に好ましく、5員環又は6員環が特に好ましい。 $p$ は1又は2の整数が好ましい。 $q$ 及び $r$ は0又は1が好ましく、特に第3級アミンが好ましい。

【0009】

アミン (I) の合成法としては、式(II)



(式中、 $R^1$ は前記の意味を示す。)

で表されるアミン (以下アミン (II) という) とハロゲン化カルボン酸又はその

低級アルキルエステルや酸ハライドを場合によっては触媒を使用して反応させ、次いで対応するアミン等を反応させる方法や、アミノ酸又はその誘導体とアミン(II)とを反応させる方法等によって得ることが出来る。

## 【0010】

本発明の毛髪化粧料は、無機酸及び有機酸からなる群から選ばれる少なくとも1種の酸を含有することが好ましい。無機酸としては、塩酸、硫酸及びリン酸等が挙げられ、有機酸としては、炭素数1～5の有機酸が好ましく、酢酸、グリコール酸、乳酸、グルタミン酸、リンゴ酸、コハク酸等が具体的に挙げられるが、塩酸、硫酸、乳酸、グルタミン酸、リンゴ酸等が特に好ましい。

## 【0011】

本発明の毛髪化粧料を調製する場合、アミン(I)と酸を、別々に配合しても良いし、アミン(I)の酸塩をあらかじめ形成させてから配合しても良い。

## 【0012】

本発明の毛髪化粧料は、さらに炭素数10～30の高級アルコールを含有することが好ましい。本発明に用いられる高級アルコールとしては、炭素数10～30の直鎖もしくは分岐鎖のアルキル基又はアルケニル基を有する高級アルコール類、好ましくは炭素数12～26の直鎖もしくは分岐鎖のアルキル基又はアルケニル基を有する高級アルコール、更に好ましくは、セタノール、セチルアルコール、ステアリルアルコール、アラキルアルコール、ベヘニルアルコール、カラナービルアルコール、セリルアルコール等の高級アルコールが挙げられる。

## 【0013】

本発明の毛髪化粧料中のアミン(I)の含有量は、毛髪に良好な感触を与え、また保存時における沈殿、固化、分層等の製品安定性の観点から、0.1～15重量%が好ましく、特に0.3～8重量%が好ましい。また、酸の含有量は、アミン(I)に対し0.3～10モル倍が好ましく、特に0.5～5モル倍が好ましい。さらに、高級アルコールの含有量は、柔軟性、しっとり感を発揮し、また製品の安定性の観点から、0.5～15重量%が好ましく、特に1～10重量%が好ましい。

## 【0014】



本発明の毛髪化粧料は、配合物中でpHを調整することにより、アミン（I）の一部もしくは全部を塩の形に置換して使用されるが、pH2～8、特にpH3～6で使用するのが、毛髪の良い感触、また製品の安定性の観点から好ましい。

【0015】

本発明の毛髪化粧料には、他の陽イオン界面活性剤や陰イオン界面活性剤、非イオン界面活性剤、両性界面活性剤等の界面活性剤、シリコーン、炭化水素、ラノリン誘導体、高級脂肪酸エステル類、高級脂肪酸類、油脂類、グリセリン、保湿剤、カチオン性ポリマー、多糖類、ポリペプチド、パール化剤、溶剤、液晶形成剤、芳香族スルホン酸類、色素、香料、噴射剤、キレート剤、pH調整剤、防腐剤、抗フケ剤等を本発明の目的を損なわない範囲内で適宜配合することができる。

【0016】

本発明の毛髪化粧料は、水溶液、エタノール溶液、エマルション、サスペンション、ゲル、液晶、エアゾール等の所望の剤型にすることができる。

【0017】

本発明の毛髪化粧料は、ヘアリンス、ヘアコンディショナー、ヘアトリートメント、ヘアパック、ヘアクリーム、コンディショニングムース、ヘアムース、ヘアスプレー、シャンプー、リーブオントリートメント等に用いることができる。

【0018】

【実施例】

例中の％は、特記しない限り重量％である。

【0019】

合成例 1

攪拌機、温度計、脱水管、窒素導入管を具備した4つ口フラスコに、ファーマン80（花王（株）製のアルキル1級アミン）801.9gとN,N-ジメチルグリシンエチルエステル413.2gを仕込み、触媒として28％ナトリウムメチラートのメタノール溶液11.6gを添加して、100℃、3時間で生成するエタノールを留去しながら反応させた後、キョウワード600S（協和化学工業

(株)製) 21.3 g を添加して触媒吸着、濾過除去を行い、表1に示すアミン A 1036.1 g を得た。

## 【0020】

## 合成例 2

攪拌機、温度計、脱水管、滴下ロートを具備した4つ口フラスコに、ニッサンアミンVBS (日本油脂(株)製のアルキル1級アミン) 325.6 g、メタノール900 g、触媒として28%ナトリウムメチラートのメタノール溶液3.9 g を入れ、15~20℃に保ちながらクロロ酢酸メチルエステル113.9 g を1時間で滴下した後、30時間反応させた。反応後、析出してきた結晶を濾過し、さらにメタノール300 g で洗浄を行い、乾燥後、対応するクロロアセトアミド378.0 g を得た。

## 【0021】

次に、攪拌機、温度計、冷却管を具備した4つ口フラスコに、上記のクロロアセトアミド201.0 g とジエチルアミン219.4 g、イソプロピルアルコール500 g を入れ、50℃で5時間反応させた。反応後、48%水酸化ナトリウム水溶液41.7 g、イオン交換水100 g を添加した後、減圧下で過剰のジエチルアミンと溶媒を留去した。更に、脱塩、アセトンによる晶析を行い、乾燥後、表1に示すアミンB 201.8 g を得た。

## 【0022】

## 合成例 3

攪拌機、温度計、脱水管、窒素導入管を具備した4つ口フラスコに、ファーミン20 (花王(株)製のアルキル1級アミン) 370.7 g とN-メチルイミノジ酢酸147.1 g を仕込み、180℃、10時間で生成する水を留去しながら反応させた後、アセトン晶析を行い、乾燥後、表1に示すアミンC 476.4 g を得た。

## 【0023】

## 合成例 4

ニッサンアミンVBSの代わりにファーミン86T (花王(株)製のアルキル1級アミン) 258.2 g を使用した以外は、合成例2の原料、条件で対応する

クロロアセトアミド 316.0 g を得た。

【0024】

次に、攪拌機、温度計、冷却管を具備した4つ口フラスコに、上記のクロロアセトアミド 167.3 g とメチルエタノールアミン 187.8 g、メタノール 500 g を入れ、35～45℃で13時間反応させた。反応後、48%水酸化ナトリウム水溶液 41.7 g を添加した後、減圧下で過剰のメチルエタノールアミンと溶媒を留去した。更に、脱塩、アセトンによる晶析を行い、乾燥後、表1に示すアミン D 328.5 g を得た。

【0025】

【表1】

アミン A	$\text{R}-\text{N}(\text{H})-\text{C}(=\text{O})-\text{CH}_2-\text{N}(\text{CH}_3)_2$ <p>純度99.6%(その他:アルキル1級アミン、ジメチルグリシン等) (R: C<sub>16</sub>H<sub>33</sub>/C<sub>17</sub>H<sub>35</sub>/C<sub>18</sub>H<sub>37</sub>/C<sub>19</sub>H<sub>39</sub>/C<sub>20</sub>H<sub>41</sub>=4%/1%/93.5%/0.5%/1%)</p>
アミン B	$\text{R}-\text{N}(\text{H})-\text{C}(=\text{O})-\text{CH}_2-\text{N}(\text{CH}_2\text{CH}_3)_2$ <p>純度98.5%(その他:アルキル1級アミン、ジエチルグリシン、NaCl等) (R: C<sub>18</sub>H<sub>37</sub>/C<sub>20</sub>H<sub>41</sub>/C<sub>22</sub>H<sub>45</sub>/C<sub>24</sub>H<sub>49</sub>=4%/12%/82%/2%)</p>
アミン C	$\begin{array}{c} \text{O} \\ \parallel \\ \text{R}-\text{N}(\text{H})-\text{C}-\text{CH}_2 \\ \text{R}-\text{N}(\text{H})-\text{C}-\text{CH}_2 \\ \parallel \\ \text{O} \end{array} \text{N}-\text{CH}_3$ <p>純度95.0%(その他:モノアルキルアミド2級アミン、アルキル1級アミン、NaCl等) (R: C<sub>10</sub>H<sub>21</sub>/C<sub>12</sub>H<sub>25</sub>/C<sub>14</sub>H<sub>29</sub>=1%/96%/3%)</p>
アミン D	$\text{R}-\text{N}(\text{H})-\text{C}(=\text{O})-\text{CH}_2-\text{N}(\text{CH}_3)(\text{CH}_2\text{CH}_2\text{OH})$ <p>純度96.4%(その他:アルキル1級アミン等) (R: C<sub>14</sub>H<sub>29</sub>/C<sub>16</sub>H<sub>33</sub>/C<sub>18</sub>H<sub>37</sub>=4%/30%/66%)</p>

## 【 0 0 2 6 】

実施例 1 ～ 8 及び比較例 1 ～ 2

合成例 1 ～ 4 で得られた本発明に係わるアミン A ～ D、又は表 2 に示す比較化合物 Y（東京化成工業（株）製のトリメチルステアリルアンモニウムクロライド）、比較化合物 Z（日光ケミカルズ（株）製の NIKKOL アミドアミン MPS）を用い、表 3 及び表 4 に示す組成のヘアリンス剤を常法により製造した。これらのヘアリンス剤について、下記の方法により評価を行った。結果を表 3 及び表 4 に示す。

## 【 0 0 2 7 】

【表 2】

比較化合物 Y	$\begin{array}{c} \text{CH}_3 \\   \\ \text{C}_{18}\text{H}_{37}-\text{N}^+-\text{CH}_3 \\   \\ \text{CH}_3 \end{array} \quad \text{Cl}^-$
比較化合物 Z	$\text{C}_{17}\text{H}_{35}-\overset{\text{O}}{\parallel}{\text{C}}-\overset{\text{H}}{\text{N}}-\text{C}_3\text{H}_6-\text{N} \begin{array}{l} \text{CH}_3 \\ \text{CH}_3 \end{array}$

## 【 0 0 2 8 】

<評価方法>

・乳化性

ヘアリンス剤を製造後、室温（25℃）、3時間放置後の乳化状態を下記基準で評価した。

## 【 0 0 2 9 】

○；乳化ゲルが安定に保たれている

△；若干分離

×；分離

・乳化物保存安定性

ヘアリンス剤の保存の加速試験として 50℃、3週間保存して、ゲル乳化状態

を下記基準で評価した。

【0030】

○；乳化ゲルが安定に保たれている

△；若干分離

×；分離

・毛髪への塗布時、濯ぎ時及び乾燥後の性能

コールドパーマ等の化学処理をしたことのない日本人女性の毛髪20g（長さ20cm，平均直径60 $\mu$ m）を束ね、シャンプー5gを用いて洗浄した。このシャンプー組成は、ポリオキシエチレンアルキル（炭素数12）エーテル硫酸ナトリウム（エチレンオキシド平均付加モル数2.5）15%、ジエタノールアミド3%、残部は水である。

【0031】

その後、調製したヘアリンス剤の50℃、3週間保存品2.0gを均一に塗布し、30秒間約40℃の流水で濯いだ。この塗布時、濯ぎ時のリッチ感とその持続性、柔軟性、平滑性、及び乾燥後の柔らか感、櫛通り感について、専門パネラー5人で、下記基準で官能評価した。

【0032】

A；4人以上が効果あると回答

B；3人が効果あると回答

C；2人が効果あると回答

D；1人以下が効果あると回答

【0033】

【表 3】

		実 施 例				比 較 例	
		1	2	3	4	1	2
ヘ ア リ ン ス 剤 配 合 組 成  (%)	アミン (I)	A 1.5	B 1.5	C 1.5	D 2.0	—	—
	比較化合物	—	—	—	—	Y 1.0	Z 1.5
	塩酸(対アミンモル比)	—	—	0.5	—	—	0.7
	乳酸(対アミンモル比)	1.5	1.0	0.7	0.7	—	—
	セチルアルコール	1	1	1	1	1	1
	ステアリルアルコール	3	2	2	1	2	2
	ヘキシルアルコール	1	2	1	3	1	1
	流動パラフィン	2	3	1	3	3	3
	ジメチルポリシロキサン*	3	2	1	2	3	2
	クエン酸(pH調整剤)	適量	適量	適量	適量	適量	適量
	精製水	バランス	バランス	バランス	バランス	バランス	バランス
pH		4	5	3	4.5	4	6
評 価 結 果	乳化性	○	○	○	○	○	○
	乳化物保存安定性	○	○	○	○	△	△
	塗布、 濯ぎ時	リッチ感	A	A	A	A	D
		持続性	B	A	B	A	C
		柔軟性	A	B	C	B	C
		平滑性	B	A	A	B	C
	乾燥後	柔らか感	A	A	B	A	B
		櫛通り感	B	B	B	B	C

\*: 信越化学工業(株)製 KF96A-5000cs

【 0 0 3 4 】

【表4】

		実 施 例			
		5	6	7	8
ヘアリンズ 剤配合組成 (%)	アミン (I)	A 1.7	A 1.5	B 2.0	B 2.0
	酸(対アミンモル比)	硫酸 0.5	グルタミン酸 1.5	リンゴ酸 3	塩酸 1
	ステアリルアルコール	4	5	5	6
	流動パラフィン	2	2	2	2
	ジメチルポリシロキサン*	2	2	2	3
	リン酸(pH調整剤)	適量	適量	適量	適量
	精製水	バランス	バランス	バランス	バランス
pH		3	4.5	4	3.5
評価結果	乳化性	○	○	○	○
	乳化物保存安定性	○	○	○	○
	塗布、 濯ぎ時	リッチ感	A	A	A
		持続性	B	A	B
		柔軟性	A	B	A
		平滑性	B	A	A
	乾燥後	柔らか感	A	A	A
		櫛通り感	B	A	B

\*: 信越化学工業(株)製 KF96A-5000cs

## 【0035】

## 合成例 5

攪拌機、温度計を具備したオートクレーブに、カルコール6850（花王（株）製の高級アルコール）256.5gと水酸化カリウム0.1gを入れ、温度120℃、真空度2.6kPaで1時間の脱水を行った後、60℃の温度まで冷却してアクリロニトリル58.4gを1時間かけて導入し、1時間保持して反応を完結させた。次に、ラネーニッケル1.9gと水酸化ナトリウム0.3g、イオン交換水16.1gを入れ、130℃の温度で水素化還元反応を3時間で行った後、濾過して触媒を除去した。さらに、蒸留精製して対応するエーテル1級アミン288.5gを得た。

## 【0036】

次に、攪拌機、温度計、脱水管、窒素導入管を具備した4つ口フラスコに、上記エーテル1級アミン156.8gとN,N-ジメチルグリシン61.9gを仕込み、180℃まで昇温した。生成する水を留去しながらそのままの温度で8時間反応させた後、アセトンによる晶析を行い、乾燥後、表5に示すアミンE 159.5gを得た。

## 【0037】

## 合成例6

カルコール6850の代わりにオクタデカノールのエチレンオキサイド平均3.1モル付加物407.1gを使用し、蒸留精製は行わなかった以外は合成例5と同様の原料と条件で対応するエーテル1級アミン445.6を得た。

## 【0038】

次に、攪拌機、温度計、脱水管、窒素導入管を具備した4つ口フラスコに、上記のエーテル1級アミン232.1gとN,N-ジメチルグリシン72.2gを仕込み、190℃まで昇温した。生成する水を留去しながらそのままの温度で8時間反応させた後、水洗により過剰のN,N-ジメチルグリシンを除去し、表5に示すアミンF 297.1gを得た。

## 【0039】

## 合成例7

ニッサンアミンVBSの代わりにファーミン80（花王（株）製のアルキル1級アミン）267.3gを使用した以外は、合成例2の原料、条件で対応するクロロアセトアミド323.2gを得た。

## 【0040】

次に、攪拌機、温度計、冷却管を具備した4つ口フラスコに、上記のクロロアセトアミド138.4gとピロリジン170.69g、イソプロピルアルコール400gを入れ、40℃で6時間反応させた。反応後、48.3%水酸化ナトリウム水溶液33.1g、イオン交換水50gを添加した後、減圧下で過剰のピロリジンと溶媒を留去した。更に、脱塩、アセトンによる晶析を行い、乾燥後、表5に示すアミンG 108.3gを得た。



## 【0041】

## 合成例 8

攪拌機、温度計、冷却管を具備した4つ口フラスコに、合成例7と同様の方法で得たクロロアセトアミド138.4 gとN-メチルアニリン257.2 g、イソプロピルアルコール395 gを入れ、60～70℃で30時間反応させた。反応後、48.3%水酸化ナトリウム水溶液33.1 g、イオン交換水80 gを添加した後、減圧下で過剰のN-メチルアニリンと溶媒を留去した。更に、脱塩、アセトンによる晶析を行い、乾燥後、表5に示すアミンH 132.7 gを得た。

## 【0042】

【表 5】

アミンE	$\text{R}-\text{O}-\text{CH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2-\text{N}-\overset{\text{H}}{\overset{\text{O}}{\parallel}}\text{C}-\text{CH}_2-\text{N}(\text{CH}_3)_2$ <p>純度95% (その他; R-OH、R-O-CH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>-NH<sub>2</sub>、ジメチルグリシン等) (R: C<sub>16</sub>H<sub>33</sub>/C<sub>18</sub>H<sub>37</sub>=30%/70%)</p>
アミンF	$\text{R}-(\text{OCH}_2\text{CH}_2)_n-\text{O}-\text{CH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2-\text{N}-\overset{\text{H}}{\overset{\text{O}}{\parallel}}\text{C}-\text{CH}_2-\text{N}(\text{CH}_3)_2$ <p>純度93% (その他; R-(OCH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>)<sub>n</sub>-OH、R-(OCH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>)<sub>n</sub>-O-CH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>-NH<sub>2</sub>、ジメチルグリシン等) (R: C<sub>18</sub>H<sub>37</sub>、 n: 平均3.1モル)</p>
アミンG	$\text{R}-\text{N}-\overset{\text{H}}{\overset{\text{O}}{\parallel}}\text{C}-\text{CH}_2-\text{N}(\text{C}_4\text{H}_9)$ <p>純度97% (その他; アルキル1級アミン、クロロ酢酸アルキルアミド、ピロリジン、NaCl等) (R: C<sub>16</sub>H<sub>33</sub>/C<sub>17</sub>H<sub>35</sub>/C<sub>18</sub>H<sub>37</sub>/C<sub>19</sub>H<sub>39</sub>/C<sub>20</sub>H<sub>41</sub>=5%/2%/91.5%/0.5%/1%)</p>
アミンH	$\text{R}-\text{N}-\overset{\text{H}}{\overset{\text{O}}{\parallel}}\text{C}-\text{CH}_2-\text{N}(\text{CH}_3)(\text{C}_6\text{H}_5)$ <p>純度96% (その他; アルキル1級アミン、クロロ酢酸アルキルアミド、メチルアニリン、NaCl等) (R: C<sub>16</sub>H<sub>33</sub>/C<sub>17</sub>H<sub>35</sub>/C<sub>18</sub>H<sub>37</sub>/C<sub>19</sub>H<sub>39</sub>/C<sub>20</sub>H<sub>41</sub>=5%/2%/91.5%/0.5%/1%)</p>

【0043】

実施例 9～12、比較例 3

合成例 5～8 で得られた本発明に係わるアミン E～H 及び比較例 2 と同様の比較化合物 Z を用い、表 6 に示す組成のヘアリンス剤を常法により製造した。これらのヘアリンス剤について実施例 1 と同様の方法で評価を行った。結果を表 6 に示す。

【0044】

【表 6】

			実 施 例				比較例
			9	10	11	12	3
ヘアリン ス剤配合組成 (%)	アミン (I)		E 1.5	F 1.5	G 1.5	H 1.5	—
	比較化合物		—	—	—	—	Z 1.5
	グルタミン酸 (対アミンモル比)		0.8	0.8	0.8	0.8	0.8
	セタノール* <sup>1</sup>		4.5	4.5	4.5	4.5	4.5
	パルミチン酸イソプロピル		2	2	2	2	2
	ジメチルポリシロキサン* <sup>2</sup>		2	2	2	2	2
	プロピレングリコール		1	1	1	1	1
	クエン酸(pH調整剤)		適量	適量	適量	適量	適量
精製水			バランス	バランス	バランス	バランス	バランス
pH			4.3	4.3	4.3	4.3	4.3
評価結果	乳化性		○	○	○	○	○
	乳化物保存安定性		○	○	○	○	○
	塗布、 濯ぎ時	リッチ感	A	A	B	B	C
		持続性	A	A	A	A	C
		柔軟性	A	A	A	A	B
		平滑性	A	A	B	B	B
	乾燥後	柔らか感	A	B	A	B	B
		櫛通り感	A	A	B	B	B

\*1: セタノールは、セチルアルコール／ステアリルアルコールの重量比7／3の混合物である。

以下同じ。

\*2: 信越化学工業(株)製 KF96A-5000cs

### 【0045】

#### 実施例 13

下記組成のヘアリンス剤を製造した。

### 【0046】

アミンA	3.0%
乳酸	2.0%
セタノール	4.0%

パルミチン酸イソプロピル	2. 0 %
ジメチルポリシロキサン（平均分子量 9 0 0 0）	1. 0 %
ポリエーテル変性シリコーン（信越化学工業製 K F 6015）	2. 0 %
プロピレングリコール	1. 5 %
5 0 % クエン酸水溶液	0. 2 %
香料、メチルパラベン	適量
精製水	バランス

（p H 3. 5）

このリンス剤は、ゲル状に乳化し、乳化物の保存安定性も良好であった。さらに、塗布時、濯ぎ時のリッチ感とその持続性、柔軟性、平滑性、及び乾燥後の柔らか感、櫛通り感も良好であった。

【 0 0 4 7】

#### 実施例 1 4

下記組成のヘアトリートメント剤を製造した。

【 0 0 4 8】

アミン B	2. 5 %
3 5 % 塩酸水溶液	0. 7 %
セタノール	6. 5 %
ジメチルポリシロキサン（平均分子量 9 0 0 0）	5. 0 %
モノステアリン酸ポリオキシエチレンソルビタン （エチレンオキサイド平均付加モル数 2 0）	0. 5 %
ベヘン酸	0. 1 %
ジプロピレングリコール	6. 0 %
グリセリン	8. 0 %
5 0 % クエン酸水溶液	0. 2 %
香料、メチルパラベン	適量
精製水	バランス

（p H 3. 5）

このヘアトリートメント剤は、ゲル状に乳化し、乳化物の保存安定性も良好で

あった。さらに、塗布時、濯ぎ時のリッチ感とその持続性、柔軟性、平滑性、及び乾燥後の柔らか感、櫛通り感も良好であった。

【0049】

実施例 15

下記組成のヘアトリートメント剤を製造した。

【0050】

アミン E	2.5%
90% 乳酸	0.9%
セタノール	4.0%
ジメチルポリシロキサン <sup>*1</sup>	3.0%
アミノ変性シリコーン <sup>*2</sup>	0.5%
モノステアリン酸ポリオキシエチレンソルビタン (エチレンオキサイド平均付加モル数 20)	0.5%
流動パラフィン	2.0%
ジブロピレングリコール	3.0%
グリセリン	7.0%
50% クエン酸水溶液	0.2%
ヒドロキシエチルセルロース <sup>*3</sup>	0.1%
香料、メチルパラベン	適量
精製水	バランス

(pH 3.7)

\*1: 信越化学工業 (株) 製 KF96A-5000cs

\*2: 東レ・ダウコーニング・シリコーン (株) 製 アミノアルキルシリコーンエマルション SM8702C

\*3: ダイセル化学工業 (株) 製 SE-850

このヘアトリートメント剤は、ゲル状に乳化し、乳化物の保存安定性も良好であった。さらに、塗布時、濯ぎ時のリッチ感とその持続性、柔軟性、平滑性、及び乾燥後の柔らか感、櫛通り感も良好であった。

【0051】

【発明の効果】

本発明の毛髪化粧料は、感触向上剤等の油剤等の乳化性が非常に良好で、且つ乳化したゲルの長期安定性に優れる。しかも、毛髪に対して湿潤時の良好なリッチ感とその持続性、柔軟性、平滑性、及び乾燥後の柔らかさ、櫛通りのよさを付与することができる。

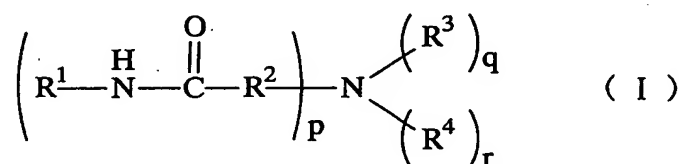
【書類名】 要約書

【要約】

【課題】 毛髪に対して湿潤時の柔軟性や平滑性、油性感と、乾燥後の滑らかさ及び柔らかさ、櫛通りのよさを付与することができる毛髪化粧料の提供。

【解決手段】 一般式 (I) で表されるアミンを含有する毛髪化粧料。

【化 1】



〔式中、 $\text{R}^1$ は $\text{C}_{8-40}$ のアルキル基又はアルケニル基、或いは式 $\text{R}^5\text{O}-(\text{AO})_n-\text{C}_m\text{H}_{2m}-$  ( $\text{R}^5$ は $\text{C}_{8-40}$ のアルキル基又はアルケニル基、 $\text{A}$ は $\text{C}_{2-3}$ のアルキレン基、 $n$ は平均値で $0 \sim 30$ の数、 $m$ は $2 \sim 3$ の整数) で表される基、 $\text{R}^2$ は $\text{C}_{1-5}$ のアルキレン基、 $\text{R}^3$ は $\text{H}$ 、 $\text{C}_{1-24}$ のアルキル基、アルケニル基又はヒドロキシアルキル基、或いは $\text{C}_{6-28}$ のアリール基又はアリールアルキル基、 $\text{R}^4$ は $\text{H}$ 、 $\text{C}_{1-5}$ のアルキル基、アルケニル基又はヒドロキシアルキル基、或いは $\text{C}_{6-28}$ のアリール基又はアリールアルキル基等、 $p$ は $1 \sim 3$ の整数、 $q$ 及び $r$ は $0 \sim 2$ の整数で、 $p+q+r$ は $3$ である。〕

【選択図】 なし

# 認定・付加情報

特許出願の番号	特願 2001-368155
受付番号	50101768858
書類名	特許願
担当官	第六担当上席 0095
作成日	平成 13 年 12 月 6 日

## <認定情報・付加情報>

### 【特許出願人】

【識別番号】	000000918
【住所又は居所】	東京都中央区日本橋茅場町 1 丁目 14 番 10 号
【氏名又は名称】	花王株式会社

### 【代理人】

申請人	
【識別番号】	100063897
【住所又は居所】	東京都中央区日本橋浜町 2 丁目 17 番 8 号 浜町 花長ビル 6 階
【氏名又は名称】	古谷 馨

### 【選任した代理人】

【識別番号】	100076680
【住所又は居所】	東京都中央区日本橋浜町 2 丁目 17 番 8 号 浜町 花長ビル 6 階
【氏名又は名称】	溝部 孝彦

### 【選任した代理人】

【識別番号】	100087642
【住所又は居所】	東京都中央区日本橋浜町 2 丁目 17 番 8 号 浜町 花長ビル 6 階
【氏名又は名称】	古谷 聡

### 【選任した代理人】

【識別番号】	100091845
【住所又は居所】	東京都中央区日本橋浜町 2 丁目 17 番 8 号 浜町 花長ビル 6 階
【氏名又は名称】	持田 信二

### 【選任した代理人】

【識別番号】	100098408
【住所又は居所】	東京都中央区日本橋浜町 2 丁目 17 番 8 号 浜町 花長ビル 6 階

次頁有



認定・付加情報（続き）

【氏名又は名称】 義経 和昌

出願人履歴情報

識別番号 [0000000918]

1. 変更年月日 1990年 8月24日  
[変更理由] 新規登録  
住 所 東京都中央区日本橋茅場町1丁目14番10号  
氏 名 花王株式会社